

51

Int. Cl. 2:

A61K 7

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

Behördeneigentum

DE 28 33 989 A 1

11

# Offenlegungsschrift 28 33 989

21

Aktenzeichen:

P 28 33 989.1

22

Anmeldetag:

3. 8. 78

43

Offenlegungstag:

21. 2. 80

30

Unionspriorität:

32 33 31

= US 4,396,322

54

Bezeichnung:

Mittel zum Färben von Haaren

71

Anmelder:

Wella AG, 6100 Darmstadt

72

Erfinder:

Konrad, Eugen, 6100 Darmstadt; Mager, Herbert, Dr.,  
Freiburg (Schweiz)

DE 28 33 989 A 1

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, dadurch gekennzeichnet, daß es als Farbkomponente 6-Amino-3-methyl-phenol enthält.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es das 6-Amino-3-methyl-phenol in einer Konzentration von etwa 0,01 bis 2,0 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,02 bis 0,3 Gewichtsprozent, enthält.
3. Mittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es das 6-Amino-3-methyl-phenol gegebenenfalls in Form des Salzes mit einer anorganischen oder organischen Säure bzw. in Form des Phenolates enthält.
4. Mittel nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es gegebenenfalls übliche Entwickler- und Kuppler-substanzen sowie direktziehende Farbstoffe enthält.
5. Mittel nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens eine der Entwicklersubstanzen 1,4-Diaminobenzol, 2,5-Diaminotoluol und p-Aminophenol enthält.
6. Mittel nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens eine der Kupplersubstanzen  $\alpha$ -Naphthol, 3,4-Diaminobenzoesäure, Resorcin, 4-Chlorresorcin, m-Aminophenol, m-Phenylendiamin, m-Toluyldiamin, 2,4-Diaminoanisol, 2,4-Diaminobenzylalkohol und 3-Amino-6-methyl-phenol enthält.

7. Mittel nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens einen der direktziehenden Farbstoffe Diamond Fuchsin (C.I. 42 510), Leather Ruby HF (C.I. 42 520), 2-Nitro-1,4-diaminobenzol, Acid Brown 4 (C.I. 14 805), Acid Blue 135 (C.I. 13 385), Disperse Violet 4 (C.I. 61 105), Disperse Blue 1 (C.I. 64 500), Disperse Red 15 (C.I. 60 710), Disperse Violet 1 (C.I. 61 100), 1,4,5,8-Tetraamino-anthrachinon und 1,4-Diamino-anthrachinon enthält.
8. Mittel nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich Antioxidantien, vorzugsweise Ascorbinsäure oder Natriumsulfit, enthält.
9. Mittel nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich Netzmittel, Emulgatoren und/oder Verdicker enthält.

W E L L A  
Aktiengesellschaft

Darmstadt, den 2. August 1978

- 3 -

Mittel zum Färben von Haaren

Gegenstand der Erfindung sind Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, die gekennzeichnet sind durch einen Gehalt an 6-Amino-3-methyl-phenol als Farbkomponente.

In der Haarfärbung haben Färbemittel auf der Basis von Oxidationsfarbstoffen, welche durch oxidative Kupplung bestimmter Entwicklersubstanzen mit bestimmten Kupplersubstanzen entstehen, eine wesentliche Bedeutung erlangt. Als Entwicklersubstanzen werden insbesondere 2,5-Diaminotoluol, p-Aminophenol und 1,4-Diaminobenzol verwendet. Von den vorzugsweise eingesetzten Kupplersubstanzen kommen Resorcin, 4-Chlorresorcin,  $\alpha$ -Naphthol, m-Aminophenol und Derivate des m-Phenylen-diamins wie m-Toluyldiamin und 2,4-Diaminoanisol in Betracht. Neben diesen genannten Farbvorstufen sind als Bestandteil von Oxidationshaarfärbemitteln weiterhin direkt auf das Haar aufziehende Farbstoffe, insbesondere direktziehende aromatische Nitrofarbstoffe, von Bedeutung. Mit diesen direktziehenden Farbstoffen können Gelb-, Orange-, Rot- und Violettfärbungen erzielt werden.

Farbstoffe, die zur Färbung menschlicher Haare Verwendung finden, müssen zahlreichen Anforderungen gerecht werden. So müssen sie in toxikologischer und dermatologischer Hinsicht unbedenklich sein und Färbungen in der gewünschten Intensität ermöglichen. Außerdem ist es erforderlich, daß durch die

Wahl geeigneter Farbvorstufen und geeigneter Direktfarbstoffe eine breite Palette verschiedener Farbnuancen erzeugt werden kann. Weiterhin wird für die erzielten Haarfärbungen eine gute Licht-, Dauerwell-, Säure- und Reibechtheit gefordert. Auf jeden Fall aber müssen solche Haarfärbungen ohne Einwirkung von Licht, Reibung und chemischen Mitteln über einen Zeitraum von mindestens 4 bis 6 Wochen stabil bleiben.

Infolge der Vielzahl der gestellten Anforderungen können die zur Zeit in Oxidationshaarfärbemitteln verwendeten Farbvorstufen und direktziehenden Farbstoffe nicht völlig zufriedenstellen.

Direktziehende aromatische Nitrofarbstoffe führen außerdem bei ihrer Anwendung auf unterschiedlich geschädigtem Haar zu ungleichmäßigen Färbungen. Daher ist eine genügend intensive Färbung von porösen, chemisch geschädigten Haarspitzen oft nicht möglich.

Die Verwendung von o-Aminophenol in Oxidationshaarfärbemitteln ist wegen der nur geringen Farbintensität, welche sich mit dieser Substanz erzielen läßt, lediglich in begrenztem Umfange möglich.

Demgegenüber wurde nun gefunden, daß Mittel zum oxidativen Färben von Haaren mit einem Gehalt an 6-Amino-3-methylphenol und/oder dessen Salzen mit anorganischen oder organischen Säuren bzw. den aus diesem Phenolderivat mit Alkalilauge gebildeten Phenolaten den erwähnten Anforderungen weitestgehend gerecht werden.

Die erfindungsgemäßen Haarfärbemittel können das 6-Amino-3-methylphenol und/oder dessen Salze bzw. Phenolate allein oder auch im Gemisch mit den für die Haarfärbung üblichen

Entwickler- und Kupplersubstanzen enthalten. Liegt ein Gemisch vor, so wird das 6-Amino-3-methyl-phenol gegenüber diesen Entwickler- und Kupplersubstanzen im allgemeinen im molaren Unterschluß eingesetzt. In besonderen Fällen kann sich jedoch auch ein äquimolares Verhältnis oder ein diesbezüglicher Überschuß als zweckmäßig erweisen.

Der Gehalt der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel an 6-Amino-3-methyl-phenol soll etwa 0,01 bis 2,0 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,02 bis 0,3 Gewichtsprozent, betragen.

Als übliche Entwicklersubstanzen, die in den Färbemitteln nach vorliegender Anmeldung enthalten sein können, sind insbesondere 1,4-Diaminobenzol, 2,5-Diaminotoluol und p-Aminophenol zu nennen.

Von den üblichen Kupplersubstanzen kommen vorzugsweise  $\alpha$ -Naphthol, 3,4-Diaminobenzoessäure, Resorcin, 4-Chlorresorcin, m-Aminophenol, m-Phenylendiamin, m-Toluylendiamin, 2,4-Diaminoanisol, 2,4-Diaminobenzylalkohol und 3-Amino-6-methyl-phenol oder Gemische davon in Betracht.

Zur Erzielung gewisser Farbnuancen können ferner auch übliche direktziehende Farbstoffe, beispielsweise Triphenylmethanfarbstoffe wie Diamond Fuchsin (C.I. 42 510) und Leather Ruby HF (C.I. 42 520), aromatische Nitrofarbstoffe wie 2-Nitro-1,4-diaminobenzol, Azofarbstoffe wie Acid Brown 4 (C.I. 14 805) und Acid Blue 135 (C.I. 13 385), Anthrachinonfarbstoffe wie Disperse Violet 4 (C.I. 61 105), Disperse Blue 1 (C.I. 64 500), Disperse Red 15 (C.I. 60 710), Disperse Violet 1 (C.I. 61 100), außerdem 1,4,5,8-Tetraaminoanthrachinon und 1,4-Diaminoanthrachinon enthalten sein.

Die Zubereitungsform der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel kann aus einer Lösung, einer Creme, einem Gel oder einer Emulsion bestehen. Ihre Zusammensetzung stellt eine Mischung der Farbkomponenten mit den für solche Zubereitungen üblichen Bestandteilen dar. Als übliche Bestandteile von Cremes, Emulsionen oder Gelen kommen beispielsweise Netzmittel oder Emulgatoren aus den Klassen der anionischen oder nichtionogenen oberflächenaktiven Substanzen wie Fettalkoholsulfate, Fettsäurealkanolamide, Alkylsulfonate, Alkylbenzolsulfonate, oxäthylierte Fettalkohole, oxäthylierte Nonylphenole, ferner Verdicker wie höhere Fettalkohole, Stärke, Cellulosederivate, Paraffinöl und Fettsäuren sowie außerdem Pflegestoffe wie Lanolinderivate, Cholesterin und Pantothenensäure in Betracht.

Die erwähnten Bestandteile werden in den für solche Zwecke üblichen Mengen verwendet, z. B. die Netzmittel und Emulgatoren in Konzentrationen von etwa 0,5 bis 30 Gewichtsprozent, während die Verdicker in einer Menge von etwa 0,1 bis 25 Gewichtsprozent in den Zubereitungen enthalten sein können.

Außerdem können in den Haarfärbemitteln noch weitere übliche kosmetische Zusatzstoffe, beispielsweise Antioxidantien wie Ascorbinsäure oder Alkalisulfit, Parfümöle, niedere aliphatische Alkohole wie Äthanol oder Isopropanol, Alkalihydroxide, Komplexbildner und andere vorhanden sein.

Die Färbemittel nach vorliegender Anmeldung sind, unabhängig von ihrer Zubereitungsform, auf einen pH-Wert im schwach sauren, neutralen oder alkalischen Bereich eingestellt. Insbesondere weisen sie einen pH-Wert im alkalischen Bereich zwischen 8,0 und 11,5 auf, wobei die Einstellung vorzugsweise mit Ammoniak erfolgt. Es können dazu aber auch organische Amine, z. B. Monoäthanolamin oder Triäthanolamin, Verwendung finden.

Das 6-Amino-3-methyl-phenol als wesentlicher Bestandteil der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel ergibt bei der Einwirkung eines geeigneten Oxidationsmittels äußerst intensive Gelbfärbungen des Haares. Diesen Färbungen liegt offensichtlich eine Reaktion der genannten Substanz mit sich selbst zugrunde.

Der genannte Oxidationsfarbstoff kann, wie bereits erwähnt, im Gemisch mit üblichen Entwickler- und Kupplerkomponenten eingesetzt werden, wobei er jedoch unter den oxidativen Bedingungen der Haarfärbung mit diesen Komponenten nicht reagiert. Die chemischen Reaktionen zwischen den vorhandenen Entwickler- und Kupplerkomponenten laufen im allgemeinen also unbeeinflusst von dem in den erfindungsgemäßen Haarfärbemitteln enthaltenen 6-Amino-3-methyl-phenol ab. Andererseits wird auch die ablaufende und mit einer Gelbfärbung verbundene chemische Reaktion dieses Phenolderivates mit sich selbst im allgemeinen nicht durch die enthaltenen üblichen Entwickler- und Kupplerkomponenten beeinflusst. Hinsichtlich dieser Unabhängigkeit und Parallelität des Färbevorganges auf der Basis von 6-Amino-3-methyl-phenol ist eine Ähnlichkeit mit Färbungen auf der Basis von direktziehenden aromatischen Nitrofarbstoffen vorhanden.

Durch die Verwendung von 6-Amino-3-methyl-phenol als Bestandteil der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel besteht nun die Möglichkeit, die mit nachteiligen Eigenschaften behafteten direktziehenden gelb und orange färbenden aromatischen Nitrofarbstoffe unter gleichzeitiger Verbesserung der Färbeeigenschaften zu ersetzen. Dadurch ist es ebenfalls möglich, nun auch poröse, chemisch geschädigte Haarspitzen intensiv einzufärben.

Auch in toxikologischer und dermatologischer Hinsicht stellt die Verwendung von 6-Amino-3-methyl-phenol einen wesentlichen Fortschritt dar, wie sich beispielsweise bei dessen Einsatz an Stelle des üblichen 4-Nitro-1,2-diaminobenzols zeigt. So wirkt die genannte Nitroverbindung sensibilisierend und besitzt außerdem eine relativ hohe akute Toxizität, während das Phenolderivat gemäß vorliegender Erfindung diese Nachteile nicht aufweist. Darüber hinaus ermöglicht es die starke Färbekraft des 6-Amino-3-methyl-phenols, daß diese Substanz in sehr niedriger Konzentration in den erfindungsgemäßen Haarfärbemitteln eingesetzt werden kann.

Die Anwendung der Haarfärbemittel nach vorliegender Anmeldung erfolgt in bekannter Weise, indem man sie kurz vor dem Gebrauch mit einem Oxidationsmittel vermischt und das Gemisch auf das Haar aufträgt. Als Oxidationsmittel zur Entwicklung der Haarfärbung kommt insbesondere Wasserstoffperoxyd, beispielsweise als 6 %ige Lösung, bzw. dessen Additionsverbindungen an Harnstoff, Melamin oder Natriumborat in Betracht.

Die Anwendungstemperaturen liegen im Bereich von 15 bis 50° C. Nach einer Einwirkungszeit von etwa 15 bis 50 Minuten, vorzugsweise etwa 30 Minuten, wird das Haar mit Wasser ausgespült und getrocknet. Gegebenenfalls wird im Anschluß an diese Spülung mit einem Shampoo gewaschen und mit einer schwachen organischen Säure, wie beispielsweise Zitronensäure oder Weinsäure, nachgespült.

Als Bestandteil der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel eignet sich das 6-Amino-3-methyl-phenol insbesondere als Nuancierfarbstoff zur Erzielung von Naturtönen, modischen Farbtönen und besonders matten Farbnuancen. In diesem Zusammenhang ist ferner von Bedeutung, daß die durch das

6-Amino-3-methyl-phenol erhaltenen Gelbtöne bei gleichzeitiger Anwesenheit des isomeren 6-Methyl-3-amino-phenols eine Farbverschiebung nach Orange erfahren.

Die nachstehenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern.

### B e i s p i e l e

#### Beispiel 1    Haarfärbelösung

0,3	g	6-Amino-3-methyl-phenol
10,0	g	Laurylalkohol-diglykoläthersulfat, 28 %ige wäßrige Lösung
10,0	g	Isopropanol
0,1	g	Natriumhydroxid, fest
0,3	g	Natriumsulfit, wasserfrei
10,0	g	Ammoniak, 22 %ig
69,3	g	Wasser
<hr/>		
100,0	g	

50 g des vorstehenden Haarfärbemittels werden kurz vor dem Gebrauch mit 50 ml Wasserstoffperoxidlösung (6 %ig) vermischt. Anschließend trägt man das Gemisch auf blonde Naturhaare auf und läßt 30 Minuten lang bei 40° C einwirken. Das Haar hat eine farbsatte, leuchtend gelbe Färbung erhalten.

#### Beispiel 2    Haarfärbemittel in Gelform

0,3	g	6-Amino-3-methyl-phenol
0,2	g	1,4-Diaminobenzol
15,0	g	Ölsäure

- 10 -

7,0	g	Isopropanol
0,1	g	Natriumhydroxid, fest
0,3	g	Ascorbinsäure
10,0	g	Ammoniak, 22 %ig
67,1	g	Wasser
<hr/>		
100,0	g	

50 g des obigen Haarfärbemittels werden kurz vor dem Gebrauch mit 50 ml Wasserstoffperoxidlösung (6 %ig) gemischt und das Gemisch anschließend auf hellblonde, teilweise ergraute Naturhaare aufgetragen. Nach einer Einwirkungszeit von 30 Minuten bei 40° C wird mit Wasser gespült und getrocknet. Das Haar hat einen gleichmäßigen blonden, natürlichen Farbton erhalten.

Beispiel 3 Haarfärbemittel in Cremeform

0,25	g	6-Amino-3-methyl-phenol
0,30	g	3-Amino-6-methyl-phenol
0,05	g	1,4-Diaminobenzol
3,50	g	Laurylalkohol-diglykoläthersulfat, 28 %ige wäßrige Lösung
15,00	g	Cetylalkohol
0,20	g	Natriumhydroxid, fest
0,30	g	Natriumsulfit, wasserfrei
10,00	g	Ammoniak, 22 %ig
70,40	g	Wasser
<hr/>		
100,00	g	

Man vermischt kurz vor dem Gebrauch 50 g dieses Haarfärbemittels mit 50 ml Wasserstoffperoxidlösung (6 %ig) und läßt

- 11 -

030008/0121

2833989

- 11 -

das Gemisch 30 Minuten lang bei 40° C auf blonde Naturhaare einwirken. Danach wird mit Wasser gespült und getrocknet. Das Haar ist in einem intensiven violettstichigen Rotton gefärbt.

Alle in der vorliegenden Anmeldung angegebenen Prozentzahlen stellen Gewichtsprocente dar.

030008/0121